

02 JAN 2005

FR 03 / 03 5 9 9



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

REC'D 26 MAR 2004

WIPO PCT

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 20 FEV. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE PRIORITÉ
PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr

BEST AVAILABLE COPY

INPIINSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION**CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**page 1/2**

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DS 540 • 8 / 210502

Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

05 DEC 2002

75 INPI PARIS

N° D'ENREGISTREMENT

0216347

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE

05 DEC. 2002

PAR L'INPI

Vos références pour ce dossier

(facultatif) PP/vm - AM 1904

☒ **NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE**
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉEATOFINA
DRDC / DPI - Attn : M. Pierre POISSON
4-8, cours Michelet - La Défense 10
F-92091 PARIS LA DEFENSE CEDEX**Confirmation d'un dépôt par télécopie**☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie**2 NATURE DE LA DEMANDE**

Cochez l'une des 4 cases suivantes

Demande de brevet

☒

Demande de certificat d'utilité

☐

Demande divisionnaire

☐

Demande de brevet initiale

N°

Date

ou demande de certificat d'utilité initiale

N°

Date

Transformation d'une demande de
brevet européen *Demande de brevet initiale*☐

N°

Date

3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

Procédé continu de préparation de lactate d'éthyle.

4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ
OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE
LA DATE DE DÉPÔT D'UNE
DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»**5 DEMANDEUR** (Cochez l'une des 2 cases)☒ Personne morale☐ Personne physiqueNom
ou dénomination sociale

ATOFINA

Prénoms

Forme juridique

Société Anonyme

N° SIREN

319632790

Code APE-NAF

4-8, cours Michelet

Domicile
ou
siège

Rue

Code postal et ville

92800 PUTEAUX

Pays

FRANCE

Nationalité

Française

N° de téléphone (facultatif)

01 49 00 80 68

N° de télécopie (facultatif) 01 49 00 80 87

Adresse électronique (facultatif)

pierre.poisson@atofina.com

☐ S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»Remplir impérativement la 2^{ème} page

| | | | |
|--|----------------------------|--|--|
| REMISE DES PIÈCES 3 DEC 2002 LIEN 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI 0215347 | | Réservé à l'INPI | |
| 6 MANDATAIRE (obligatoire) | | Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques | |
| Nom | POISSON | | |
| Prénom | Pierre | | |
| Cabinet ou Société | ATOFINA | | |
| N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel | PG 10633 | | |
| Adresse | Rue | 4-8, cours Michelet - La Défense 10 | |
| | Code postal et ville | 92 10 11 PARIS LA DEFENSE CEDEX | |
| | Pays | FRANCE | |
| N° de téléphone (facultatif) | 01 49 00 80 68 | | |
| N° de télécopie (facultatif) | 01 49 00 80 87 | | |
| Adresse électronique (facultatif) | pierre.poisson@atofina.com | | |
| 7 INVENTEUR(S) | | Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques | |
| Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes | | <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s) | |
| 8 RAPPORT DE RECHERCHE | | Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) | |
| Établissement immédiat ou établissement différé | | <input checked="" type="checkbox"/> | |
| Paiement échelonné de la redevance (en deux versements) | | Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non | |
| 9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES | | Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG | |
| 10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS | | <input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences | |
| Le support électronique de données est joint | | <input type="checkbox"/> | |
| La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe | | <input type="checkbox"/> | |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes | | <input type="checkbox"/> | |
| 11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Pierre POISSON Ingénieur-Brevets | | VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI L. MARIELLO | |

PROCEDE CONTINU DE PREPARATION DE LACTATE D'ETHYLE

La présente invention concerne un procédé de préparation de lactate d'éthyle ayant une pureté supérieure à 97 % à partir d'acide lactique ou d'une composition d'acide lactique.

Le lactate d'éthyle peut être utilisé seul ou en combinaison avec d'autres solvants, comme agents de nettoyage et de dégraissage en machine et en milieu non aqueux de surfaces solides telles que les pièces métalliques, les céramiques, le verre, les matières plastiques ayant été souillées par des huiles ou des graisses d'usage et/ou de leur protection temporaire.

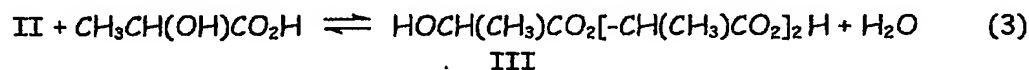
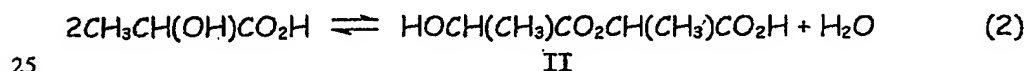
Il peut être également utilisé pour le défluxage des circuits imprimés, opération qui consiste à éliminer le flux de soudure.

Les méthodes les plus utilisées industriellement pour obtenir le lactate d'éthyle consistent en une réaction d'estérification catalysée le plus souvent par des acides, selon la réaction :

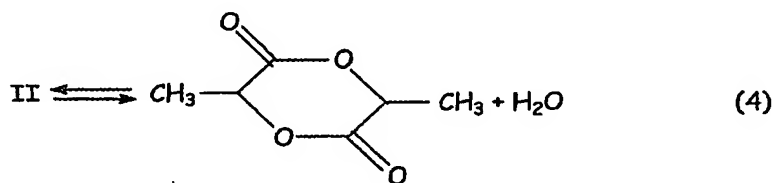


Cependant, la mise en œuvre de cette réaction se trouve compliquée du fait de la présence d'un groupe hydroxyle sur la molécule d'acide lactique.

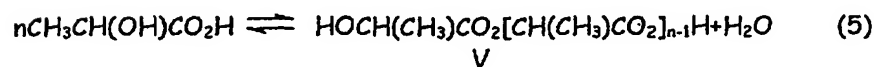
L'estérification peut donc se faire entre deux molécules d'acide lactique, puis se poursuivre pour donner des oligomères d'acide lactique selon les schémas suivants :



ou



IV



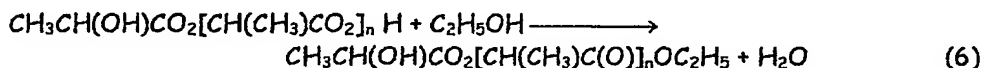
Selon les conditions opératoires généralement utilisées, le lactide (IV) ne se forme pas. Par contre, les oligomères (II), (III) et/ou (V) ont été détectées pour la bonne raison qu'industriellement, on utilise des solutions commerciales d'acide lactique.

5 Par composition d'acide lactique, on entend présentement toute solution aqueuse d'acide lactique, quels que soient son procédé d'obtention et ses caractéristiques, ladite solution ayant une pureté en acide lactique très variable.

Il peut s'agir en particulier de solutions du commerce à 50, 80, 87 ou 90 % de composés organiques, étant entendu que de telles solutions sont en fait des
10 mélanges d'eau, de monomères, de dimères et d'oligomères supérieurs d'acide lactique.

Donc, pour fabriquer de façon productive le lactate d'éthyle (I), il faut, non seulement, estérifier l'acide lactique monomère mais également dépolycondenser les oligomères d'acide lactique.

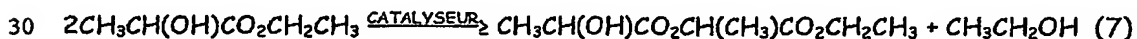
15 Sinon, on obtient, par estérification des oligomères de l'acide lactique, des oligomères du lactate d'éthyle selon la réaction :



20

Aussi, pour minimiser, voire supprimer, la formation des oligomères du lactate d'éthyle, provenant de la réaction (6), il est nécessaire d'utiliser un excès important d'éthanol, et, généralement on utilise un rapport molaire éthanol / acide lactique au moins égal à 2,5.

25 Par ailleurs, il y a lieu de noter que lors de la purification du lactate d'éthyle brut obtenu par estérification de l'acide lactique avec l'éthanol, une réaction de transestérification entre deux molécules de lactate d'éthyle peut se produire selon la réaction :



Cette réaction de transestérification (7) est généralement conduite en présence de catalyseurs basiques, d'orthotitanates d'alkyle ou de complexes à base de zirconium.

35 Mais elle peut se produire également par chauffage lors de la purification du lactate d'éthyle et, afin de l'éviter, on opère généralement la purification sous pression réduite.

Ainsi, l'estérification de l'acide lactique en lactate d'éthyle est rendue plus compliquée par :

- la présence d'oligomères de l'acide lactique dans les compositions d'acide lactique de départ qu'il s'agit de dépolycondenser pour obtenir l'acide lactique,
- la compétition entre l'estérification attendue (acide lactique, éthanol) et deux estérifications qui conduisent à la formation de lactate d'éthyle oligomère (une estérification entre l'acide lactique et le lactate d'éthyle, une autre entre l'éthanol et un oligomère de l'acide lactique).

En outre, la demanderesse a constaté qu'il pouvait se former un azéotrope binaire eau - lactate d'éthyle compliquant ainsi l'élimination de l'eau du lactate d'éthyle.

Il est donc nécessaire de produire lors de l'estérification de l'acide lactique par l'éthanol, un lactate d'éthyle ayant une teneur en eau aussi faible que possible pour le soumettre à une purification consistant en une distillation sous pression réduite.

Aussi, pour éliminer l'eau formée selon la réaction principale (1) et éventuellement selon les réactions (2) et (3), du milieu réactionnel d'estérification comprenant un mélange d'acide lactique, d'éthanol, de lactate d'éthyle, d'eau et d'oligomères, la méthode la plus simple est d'utiliser l'azéotrope eau-éthanol.

Mais, cela conduit à un mélange éthanol - eau non recyclable directement dans le milieu réactionnel et, par conséquent conduit à un procédé d'estérification peu économique industriellement.

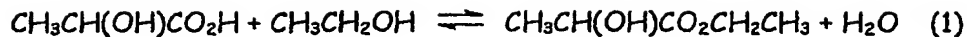
Pour ce faire, il est donc nécessaire d'effectuer la séparation de l'eau de l'éthanol par une technique différente de la distillation.

Dans le brevet américain 5, 723,639, l'eau est sélectivement éliminée du milieu réactionnel en le véhiculant à travers une membrane de pervaporation.

Cependant, cette façon d'opérer est une opération coûteuse qui utilise une technologie peu mise en œuvre dans l'industrie chimique de base.

La demanderesse a trouvé que, dans un procédé de préparation de lactate d'éthyle par estérification d'acide lactique - ou d'une composition d'acide lactique (telle que définie précédemment), il était possible d'éliminer aisément et économiquement l'eau du milieu réactionnel d'estérification.

La présente invention concerne donc un procédé continu de préparation de lactate d'éthyle (I) par estérification d'acide lactique [- ou d'une composition d'acide lactique] au moyen de l'éthanol selon la réaction (1) :



I

qui consiste à faire réagir ledit acide lactique avec l'éthanol selon un rapport molaire initial éthanol/acide lactique au moins égal à 2,5 et, de préférence, allant de 3 à 4, en présence d'un catalyseur, au reflux du milieu réactionnel qui se situe vers 100°C et sous une pression absolue allant de 1,5 à 3 bars, et, de préférence, allant de 1,5 à 1,8 bars ; ledit procédé étant caractérisé en ce que l'on extrait, en continu, du milieu réactionnel d'estérification un mélange gazeux eau-éthanol proche de l'azéotrope, puis que l'on déshydrate ce mélange gazeux directement au moyen de tamis moléculaires puis que l'on récupère de ladite déshydratation un flux gazeux d'éthanol pouvant être recyclé au milieu réactionnel d'estérification et un flux constitué d'eau et d'éthanol qui est soumis à une distillation de laquelle on obtient de l'eau et un azéotrope eau-éthanol qui est injecté en tête de la colonne de distillation du mélange gazeux extrait du milieu réactionnel d'estérification ; puis que l'on extrait en continu du lactate d'éthyle brut qui est soumis à une purification par distillation fractionnée sous pression réduite de laquelle on obtient un lactate d'éthyle de haute pureté et des produits lourds éventuellement recyclables au milieu réactionnel d'estérification.

Selon la présente invention la déshydratation du mélange gazeux extrait du milieu réactionnel est effectuée au moyen de la technique dite PSA « pression switch adsorption » qui consiste à réaliser l'adsorption sélective d'eau en faisant passer, à une pression identique à celle appliquée au milieu réactionnel d'estérification, le mélange eau-éthanol proche de l'azéotrope sous forme gazeux à travers un lit de tamis moléculaire - étape d'adsorption - puis à désorber l'eau préalablement adsorbée en abaissant la pression en-dessous de 300 mbar, et, de préférence, en dessous de 100 mbar - étape de désorption.

Ces deux étapes sont réalisées alternativement.

Selon la présente invention, l'éthanol anhydre récupéré dans l'étape d'adsorption est avantageusement recyclé dans le milieu réactionnel d'estérification, tandis que la phase riche en eau subit une distillation afin de récupérer l'eau pure et un azéotrope eau-éthanol qui est injecté en tête de la colonne de distillation du mélange gazeux eau-éthanol extraite du milieu réactionnel assurant ainsi le reflux dans ladite colonne, non munie de condenseur.

La réaction est avantageusement réalisée en présence d'un catalyseur acide soluble ou insoluble dans le milieu réactionnel d'estérification.

A titre d'exemple de catalyseurs solubles utilisables selon la présente invention, on citera H_2SO_4 98 %, H_3PO_4 , l'acide méthane sulfonique.

De préférence, on utilisera H_2SO_4 98 %.

Le catalyseur, selon l'invention est utilisé à des teneurs molaires allant de 0,1 % à 4 % et, de préférence, à des teneurs allant de 0,2 % à 3 % par rapport à l'acide lactique 100 % mis en œuvre.

5 Selon la présente invention, on peut opérer dans un réacteur agité, ou selon une technologie dite à lit fixe. Dans ce dernier cas, on utilisera des catalyseurs solides tels que les résines échangeuses d'ions du type Amberlyst 15.

Le temps initial ou de mise en régime de l'estérification peut varier dans une large mesure. Il est généralement au plus égale à 12 heures et, de préférence,
10 compris entre 5 et 12 heures.

Le flux des produits sortant du milieu réactionnel d'estérification comprenant majoritairement du lactate d'éthyle et de l'éthanol, ainsi que des traces d'eau et des lourds (oligomères) est soumis à une distillation fractionnée sous pression réduite selon les techniques habituelles de l'homme de l'art.

15 On obtient en tête un lactate d'éthyle de pureté au moins égale à 99 % et en pied de distillation, des lourds qui peuvent être recyclées dans le milieu réactionnel d'estérification.

Le procédé selon la présente invention peut être mis en œuvre dans un dispositif tel que représenté sur la figure 1.

20 Ce dispositif comprend :

- un réacteur (1), éventuellement muni d'une agitation, équipé de sondes de températures, d'alimentations en acide lactique (2), en éthanol (3) et en catalyseur (4) ;
- une colonne de distillation (5) sans condenseur ayant entre 5 et 15 plateaux
25 théoriques, alimentée en phase gazeuse extraite du réacteur (1) via l'alimentation (6) ;
- un dispositif PSA (7) constitué de 2 colonnes (A et B) identiques remplies de tamis moléculaire qui fonctionnent alternativement en adsorption et en désorption, ledit dispositif PSA, alimenté en phase gazeuse de la colonne de
30 distillation (5), via l'alimentation (8) est muni d'une sortie (9) reliée à la colonne fonctionnant en adsorption permettant l'alimentation du réacteur d'estérification en éthanol (gazeux) et d'une sortie (10) reliée à la colonne fonctionnant en désorption permettant d'alimenter une colonne de distillation (11) en mélange eau-éthanol ; ladite colonne de distillation (11) est munie d'une
35 sortie (12) pour évacuer l'eau et d'une sortie (13) pour acheminer l'azéotrope eau-éthanol vers la tête de la colonne de distillation (5) ;

- une sortie des produits d'estérification (14) alimentant une zone de purification (15) de laquelle sort, via (16) l'éthanol avec de l'eau, via (17) le lactate d'éthyle pur et via (18) des lourds qui peuvent être recyclés au réacteur d'estérification après une purge en (19).

5 Le procédé selon la présente invention s'applique tout particulièrement à l'estérification par l'éthanol de l'acide lactique contenu dans des compositions d'acide lactique commerciales telles que définies précédemment.

De préférence, on utilisera des compositions d'acide lactique à 87 % en poids d'acide lactique.

10 Le procédé selon la présente invention permet de convertir totalement l'acide lactique desdites compositions et de dépolymériser les oligomères présents dans lesdites compositions d'acide lactique utilisées.

Le lactate d'éthyle provenant du réacteur d'estérification contient peu d'eau, ce qui permet de le purifier aisément.

15 La façon d'opérer selon la présente invention permet également d'extraire du milieu réactionnel une phase gazeuse quasiment dépourvue du lactate d'éthyle formé.

L'exemple qui suit illustre l'invention.

EXEMPLE

20 - Préparation de lactate d'éthyle

On réalise un essai dans un dispositif tel que représenté sur la figure 1.

Le réacteur (1) a une capacité de 2l.

Le système PSA (7) est constitué par 2 colonnes identiques (A et B) remplies de tamis moléculaires siliporite NK30, 3Å.

25 La colonne de distillation est remplie avec un garnissage Sulzer Ex de diamètre égal à 20mm. Elle a 10 plateaux théoriques.

La marche de l'essai a été la suivante :

- Dans un premier temps on conduit l'estérification d'une composition d'acide lactique par de l'éthanol, en batch, dans le réacteur (1). On opère à une
30 pression supérieure à la pression atmosphérique et à une température voisine de 100°C.
- Puis, dans un second temps, lorsque le taux de conversion de l'acide lactique a atteint environ 95 %, on poursuit la réaction d'estérification en continu conformément à la présente invention, selon des conditions opératoires
35 décrites ci-après.

- Estérification en batch (mise en régime)

Dans le réacteur (1) on introduit :

- 391 g d'une composition d'acide lactique à 87 % soit 342 g d'acide lactique 100 % (3,8 moles).
- 667,4 g d'éthanol absolu soit 14,5 moles ; ce qui correspond à un rapport molaire initial éthanol/acide lactique égale à 3,81.
- 5 - 3,3 g d' H_2SO_4 98 % (0,033 mole), soit 0,86% molaire par rapport à l'acide lactique mis en œuvre.

On met le réacteur sous une pression de 1,5 bar puis on agite le milieu réactionnel que l'on porte au reflux ce qui correspond à une température sensiblement égale à 100°C.

- 10 Pour conduire le batch à conversion totale - supérieure à 95 % - on extrait en continu du milieu réactionnel un mélange gazeux comprenant de l'eau et de l'éthanol, au moyen de la colonne de distillation (5), à une température de pied de colonne voisine de 100° C et une pression absolue égale à 1,5 bar puis on déshydrate ce mélange en l'envoyant dans le système PSA (7) qui fonctionne sous
- 15 une pression absolue de 1,5 bar duquel sort en (9) de l'éthanol pur qui alimente en continu le milieu réactionnel d'estérification contenu dans le réacteur et en (10) lors de l'étape de désorption un mélange eau-éthanol qui est distillé dans la colonne de distillation (11) de laquelle sort en (13) un azéotrope eau-éthanol qui est dirigé vers la tête de colonne de distillation (5) permettant ainsi d'assurer le reflux en
- 20 tête de ladite colonne de distillation. L'eau sort en (12).

L'avancement de la réaction est effectué en déterminant le taux de transformation de l'acide lactique, mesuré par CPG.

- Lorsque le taux de transformation de l'acide lactique a atteint environ 95% ce qui est atteint environ au bout de 6 heures, l'estérification est poursuivie en
- 25 continu.

Le PSA fonctionne de façon identique durant toute la fabrication.

- Estérification en continu

Alors, simultanément, le milieu réactionnel d'estérification est alimenté en continu par :

- 30 - de la composition d'acide lactique 87 %,

- de l'éthanol frais plus de l'éthanol recyclé via (9), tout en maintenant le rapport molaire éthanol frais/acide lactique voisin de 4,

- de l'acide sulfurique 98 % et des lourds provenant de la zone de purification (15) via (18).

- 35 Simultanément, on sort par la conduite (14) un mélange comprenant le lactate d'éthyle, de l'éthanol, H_2SO_4 et des traces d'eau ; ledit lactate d'éthyle brut étant purifié par distillation sous pression réduite dans la zone de purification (15).

Lorsque le système est en régime stationnaire, on suit d'une part l'estérification en analysant le taux de conversion et le rendement de l'estérification (par CPG), d'autre part, on suit la distillation en analysant le binaire recueilli en tête de la colonne (5) qui fonctionne avec un taux de reflux voisin de 0,27. Le temps de séjour est de 6 heures.

Après le renouvellement de 4 fois le réacteur, soit 30 heures de fonctionnement (y compris le temps de réaction en batch) on a en sortie de la colonne (5) un mélange gazeux ayant la composition pondérale (moyenne) suivante :

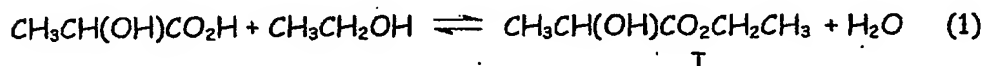
- 3,9 % d'eau,
- 10 - 96,1 % d'éthanol,

et en sortie du réacteur (14), un mélange ayant la composition pondérale (moyenne) suivante :

- 2,2 % d'eau
 - 66,3 % d'éthanol
 - 15 - 27,6 % de lactate d'éthyle
 - 1,3 % de dimère du lactate d'éthyle.
-
-

REVENDEICATIONS

1. Procédé continu de préparation de lactate d'éthyle (I) par estérification
 5 d'acide lactique [-ou d'une composition d'acide lactique] au moyen de l'éthanol
 selon la réaction (1) :



10

qui consiste à faire réagir ledit acide lactique avec l'éthanol selon un rapport
 molaire initial éthanol/acide lactique au moins égal à 2,5, en présence d'un
 catalyseur, au reflux du milieu réactionnel qui se situe vers 100°C sous une
 pression absolue allant de 1,5 à 3 bars, et, de préférence, allant de 1,5 à 1,8
 15 bars : ledit procédé étant caractérisé en ce que l'on extrait en continu, du
 milieu réactionnel d'estérification un mélange gazeux eau-éthanol proche de
 l'azéotrope; puis que l'on déshydrate ce mélange gazeux directement au
 moyen de tamis moléculaires puis que l'on récupère de ladite déshydratation
 un flux gazeux d'éthanol pouvant être recyclé au milieu réactionnel
 20 d'estérification et un flux constitué d'eau et d'éthanol qui est soumis à une
 distillation de laquelle on obtient de l'eau et un azéotrope eau-éthanol qui est
 injecté en tête de la colonne de distillation du mélange gazeux extrait du
 milieu réactionnel d'estérification ; puis que l'on extrait en continu du lactate
 d'éthyle brut qui est soumis à une purification de laquelle on obtient un
 25 lactate d'éthyle de haute pureté et des produits lourds.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise un rapport
 molaire initial éthanol/acide lactique allant de 3 à 4.
- 30 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que, pour la
 déshydratation du mélange gazeux extrait du milieu réactionnel au moyen de
 tamis moléculaire, on utilise la technique dite PSA "pressure switch
 adsorption".
- 35 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'on réalise
 alternativement l'adsorption sélective d'eau en faisant passer à une pression
 identique à celle appliquée au milieu réactionnel d'estérification le mélange
 eau-éthanol proche de l'azéotrope sous forme gazeux à travers un lit de

tamis moléculaire puis la désorption de l'eau préalablement adsorbée en abaissant la pression en-dessous de 300mbar, et, de préférence, en-dessous de 100m bar.

- 5 **5.** Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les produits lourds issus de la purification du lactate d'éthyle sont recyclés dans le milieu réactionnel d'estérification.
-

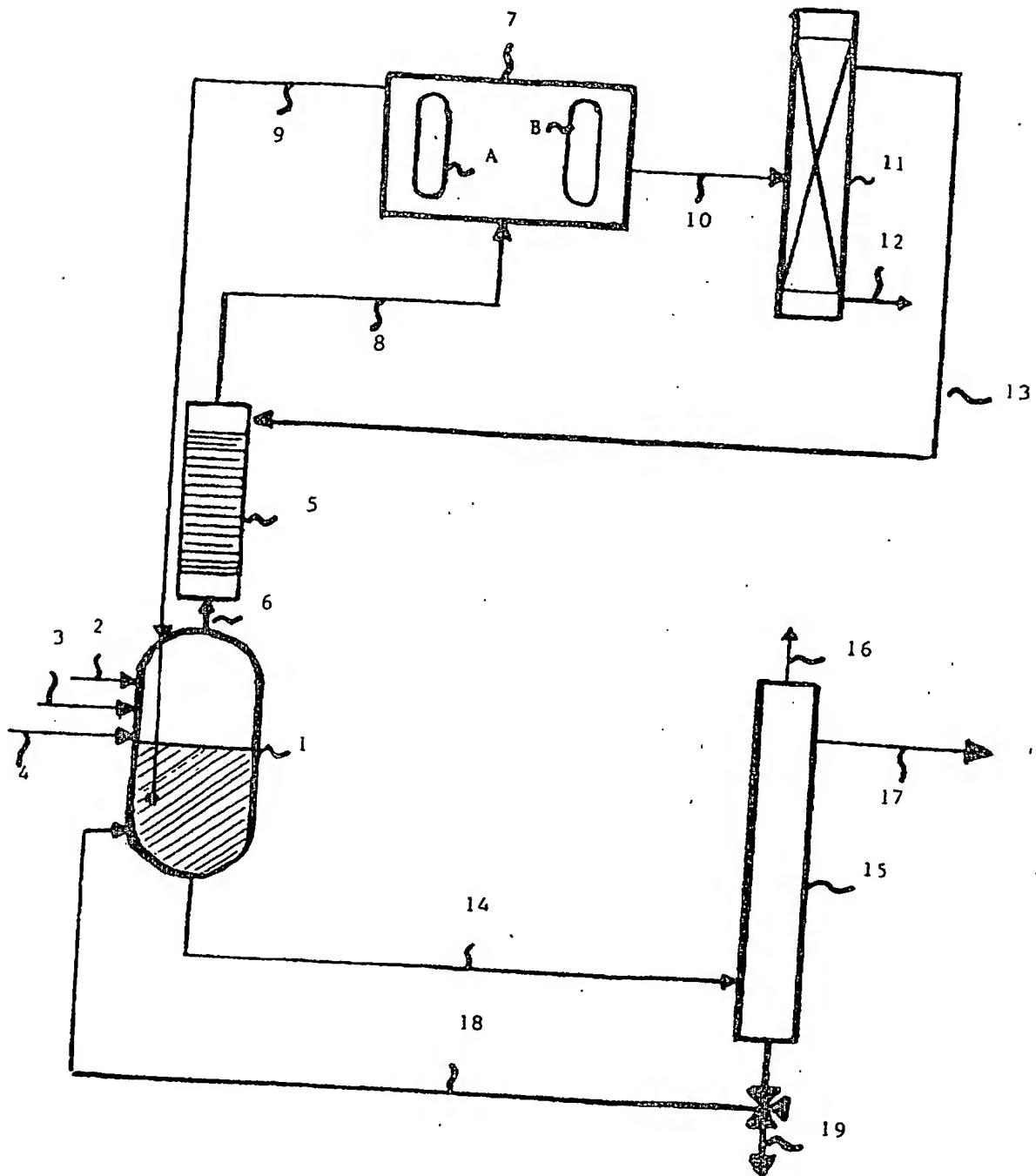


FIGURE 1



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235*03

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 GW / 270501

| | | |
|---|----------------------|-------------------------|
| Vos références pour ce dossier (facultatif) | | PP/vm - AM 1904 |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL | | 02 15348 |
| TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) | | |
| Procédé continu de préparation de lactate d'éthyle. | | |
| LE(S) DEMANDEUR(S) : | | |
| ATOFINA 4-8, cours Michelet F-92800 PUTEAUX FRANCE | | |
| DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : | | |
| 1. Nom | | MARTINO-GAUCHI |
| Prénoms | | Georges |
| Adresse | Rue | 41, rue Henon |
| | Code postal et ville | 69004 LYON |
| Société d'appartenance (facultatif) | | ATOFINA |
| 2. Nom | | TEISSIER |
| Prénoms | | Rémy |
| Adresse | Rue | 5, impasse des Bruyères |
| | Code postal et ville | 69340 FRANCHEVILLE |
| Société d'appartenance (facultatif) | | ATOFINA |
| 3. Nom | | |
| Prénoms | | |
| Adresse | Rue | |
| | Code postal et ville | |
| Société d'appartenance (facultatif) | | |
| S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages. | | |
| DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) | | |
| Pierre POISSON Ingénieur-Brevets | | |

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.